

703-205-0041  
1422-299  
08/815,592

日本国特許庁  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

226  
#8  
6/26/98  
2091

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて  
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed  
with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 1996年 4月 2日

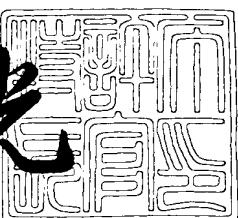
出願番号  
Application Number: 平成 8年特許願第106242号

出願人  
Applicant(s): 花王株式会社

1997年 4月 11日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

荒井 寿光



出証番号 出証特平09-3024326

【書類名】 特許願

【整理番号】 KAP96-0213

【提出日】 平成 8年 4月 2日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C09D167/00

【発明の名称】 粉体塗料

【請求項の数】 4

【発明者】

【住所又は居所】 和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内

【氏名】 佐藤 幸哉

【発明者】

【住所又は居所】 和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内

【氏名】 丸田 将幸

【発明者】

【住所又は居所】 和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内

【氏名】 稲垣 泰規

【発明者】

【住所又は居所】 和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内

【氏名】 青木 克敏

【発明者】

【住所又は居所】 和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内

【氏名】 河辺 邦康

【特許出願人】

【識別番号】 000000918

【氏名又は名称】 花王株式会社

【代表者】 常盤 文克

【代理人】

【識別番号】 100095832

【弁理士】

【氏名又は名称】 細田 芳徳

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9200353

【書類名】 明細書

【発明の名称】 粉体塗料

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 最下層に白色の塗料を塗った後、2種類以上の色相の異なる粉体塗料を混合塗布又は重層塗布することにより均一な色相の塗膜を得る塗装方法に使用される粉体塗料であって、塗布される2種類以上の色相の異なる粉体塗料の緩み見掛け密度の差がすべて0.020 g/cc以内であることを特徴とする粉体塗料。

【請求項 2】 粉体表面への流動性調整剤の添加により、緩み見掛け密度の差が0.020 g/cc以内に調整されていることを特徴とする請求項1記載の粉体塗料。

【請求項 3】 流動性調整剤がシリカ、アルミナ、チタニア、及びジルコニアからなる群より選択される1種以上の無機粉体である請求項2記載の粉体塗料。

【請求項 4】 最下層に白色の塗料を塗った後、その上に2種以上の色相の異なる粉体塗料を塗布して均一な色相の塗膜を得る塗装方法であって、塗布される2種以上の粉体塗料の緩み見掛け密度の差がすべて0.020 g/cc以内に制御された2種以上の色相の異なる粉体塗料を混合塗布又は重層塗布することを特徴とする均一な色相の塗膜を得る塗装方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、2種以上の色相の異なる粉体塗料の混色により均一な色相の塗膜を得ることができる粉体塗料に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、粉体塗料は、樹脂、硬化剤、添加剤等に所望の色相を出すための数色の顔料を加え、混合した後、溶融混練し、その後、冷却、粉碎、分級することにより、製造されてきた。そのため、粉体塗料としては要求される色相毎に塗料を用

意せざるを得ず、その品揃えは膨大な数にのぼっている。また、その調色工程を簡素化するため、特表平4-504431号公報のごとく、数種の着色粉体を混合した後粉体塗料として使用することが提案されている。

しかしながら、2種以上の異なる色相の粉体を混合して粉体塗料として使用する場合、特に最下層に白色の塗料を塗った後に2種類以上の色相の異なる粉体塗料を混合塗布又は重層塗布することにより均一な色相の塗膜を得ようとする場合、各粉体の流動性が不均一であると均一な混合物が得られ難く、このような粉体塗料を使用する塗装方法によって得られる塗膜は色むらを生じやすい。

#### 【0003】

##### 【発明が解決しようとする課題】

従って、本発明の第1の目的は、最下層に白色の塗料を塗り、その上に2種以上の色相の異なる粉体塗料を混合塗布又は重層塗布しても均一な色相の塗膜を形成することができる粉体塗料を提供することにある。本発明の第2の目的は、最下層の白色塗料の上に2種以上の色相の異なるかかる粉体塗料を混合塗布又は重層塗布して均一な色相の塗膜を得る塗装方法を提供することにある。

#### 【0004】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明者らは、最下層に白色の塗料を塗った後、2種以上の色相の異なる粉体を混合塗布又は重層塗布するとき粉体が相互に均一に混合しない原因を鋭意検討した結果、それは各粉体の流動性が異なるためであることが明らかとなった。従って、混合塗布等する原料粉体の流動性が重要であり、混合塗布等する各粉体の流動性の差を少なくする、例えば、粉体の緩み見掛け密度の差を0.020g/cc以内に制御することで均一な塗膜が得られることを見出した。また、最下層の白色塗料中に酸化チタンを含有させると、その上に2種以上の色相の異なる粉体塗料を混合塗布又は重層塗布した場合に色相の均一が一層容易に達成しうることを見出した。本発明はかかる事実に基づき、さらに研究を進めて完成するに至ったものである。

#### 【0005】

即ち、本発明の要旨は、

(1) 最下層に白色の塗料を塗った後、2種類以上の色相の異なる粉体塗料を混合塗布又は重層塗布することにより均一な色相の塗膜を得る塗装方法に使用される粉体塗料であって、塗布される2種類以上の色相の異なる粉体塗料の緩み見掛け密度の差がすべて0.020g/cc以内であることを特徴とする粉体塗料

(2) 粉体表面への流動性調整剤の添加により、緩み見掛け密度の差が0.020g/cc以内に調整されていることを特徴とする前記(1)記載の粉体塗料

(3) 流動性調整剤がシリカ、アルミナ、チタニア、及びジルコニアからなる群より選択される1種以上の無機粉体である前記(2)記載の粉体塗料、並びに

(4) 最下層に白色の塗料を塗った後、その上に2種以上の色相の異なる粉体塗料を塗布して均一な色相の塗膜を得る塗装方法であって、塗布される2種以上の粉体塗料の緩み見掛け密度の差がすべて0.020g/cc以内に制御された2種以上の色相の異なる粉体塗料を混合塗布又は重層塗布することを特徴とする均一な色相の塗膜を得る塗装方法、に関する。

#### 【0006】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明を具体的に説明する。本発明に使用される原料の粉体は、従来より公知である粉体塗料の製造方法に従い製造することができる。即ち、樹脂、硬化剤、添加剤、及び着色剤を均一に混合する。その後、押出機等で溶融混練し、冷却後、粉碎、分級することにより、原料となる粉体を得る。また、更に、粉体表面にシリカ、アルミナ、チタニア、又はジルコニア等の流動性調整剤を添加してもよい。このようにして得られる粉体はそれ自体で粉体塗料であるが、2種以上の色相の異なる粉体塗料の混色を行う本発明において、この粉体を特に原料粉体と呼ぶ場合がある。

#### 【0007】

本発明において使用される樹脂は、従来より公知である樹脂が特に限定されることなく使用可能である。例えば、ポリエチレン、ナイロン樹脂、塩化ビニルなどの非反応性樹脂、エポキシ樹脂／アミン系、エポキシ樹脂／酸無水物系、ポリ

エステル樹脂／メラミン樹脂系、自己硬化アクリル樹脂、ポリエステル樹脂／エポキシ樹脂系、アクリル樹脂／多塩基酸樹脂系などの反応性バインダー等が使用可能である。例えば、本発明においては、なかでもポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、アクリル樹脂等のバインダー樹脂が好適例として挙げられる。

## 【0008】

本発明において使用される硬化剤は、従来より公知である硬化剤が特に限定されることなく使用可能である。例えば、トリス(2,3-エポキシプロピル)イソシアネート、トリレンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート等のボリイソシアネート化合物、又はそのプレポリマーの保有する分子末端イソシアネート基をラクタム化合物、オキシム化合物等の公知慣用のブロック化剤でブロックしたブロックトイソシアネート系硬化剤；ビスフェノールA型ジグリシジルエーテル等のエポキシ系硬化剤；メトキシシロキサンオリゴマー、エトキシシランオリゴマー等のアルコキシシラン系硬化剤；アジピン酸ジヒドラジド、コハク酸ジヒドラジド等のポリアジリジン系硬化剤；1,4-ビス(2-オキサゾリニル-2)-ベンゼン、1,2,4-トリス(2-オキサゾリニル-2)-ベンゼン等のオキサゾリン系硬化剤等が挙げられる。これらの硬化剤の配合量は、樹脂中に存在する官能基の量にもよるが、当量比で0.8～1.2の範囲がより好ましい。

## 【0009】

本発明において使用される添加剤は、塗料組成物に用いられるものとして従来より公知の添加剤が特に限定されることなく使用可能である。例えば、アクリレート重合体等のレベリング剤、各種触媒や有機系スズ化合物等の架橋促進剤、ベンゾイン等のピンホール防止剤等が挙げられる。これらの添加剤は、それぞれ樹脂100重量部に対して0.1～5重量部程度使用するのが好ましい。

## 【0010】

本発明において使用される着色剤は、従来より公知である着色剤が特に限定されることなく使用可能であり、粉体塗料の色調に合わせて適宜選択される。例えば、酸化チタン、カーボンブラック、銅フタロシアニン、アセト酢酸アリールアミド系モノアゾ黄色顔料、ピグメントレッド等が挙げられる。その使用量は樹脂

100重量部に対して10~60重量部程度が好ましい。

#### 【0011】

これらの各種成分を押出機等で溶融混練する。そして冷却後、例えば、ハンマーミル、ジェット衝撃ミルなどの粉碎装置を用いて物理的粉碎を行い、ついで空気分級機、マイクロン・クラッシャイアなどの分級機を用いて分級することにより所望の平均粒子径を有する原料粉体を得ることができる。混合に使用される原料粉体としては、通常、平均粒子径1~50μm、好ましくは5~20μmの粉体が使用可能であり好適である。粉体の粒径が50μmよりも大きいと得られる塗膜の膜厚が厚くなりやすいため好ましくなく、粒径が1μmよりも小さいと凝集しやすくなり均一な混合を得ることが困難となる場合がある。

#### 【0012】

本発明において、原料粉体の流動性を制御する手段としては、粉体の平均粒子径、粒子径分布、粒子形状等を制御する方法、及び粉体表面にシリカ等の流動性調整剤を添加する方法、及びこれらの組み合わせなどが挙げられる。粉体の平均粒子径、粒子径分布は分級機により制御される。また、粒子形状は粉碎機中の滞留時間の調整により制御可能である。また、粉碎後の熱風処理等により球形化することも可能である。また、粉体表面にシリカ等の流動性調整剤を添加する方法としては、ヘンシェルミキサー、スーパーミキサー等の高速攪拌機等が好適に使用できる。原料粉体にシリカ等の流動性調整剤を添加する場合は、各原料粉体の緩み見掛け密度の差を本発明の範囲内に調整できるようにその使用量が適宜選択されるが、通常、原料粉体100重量部に対して0.01~5重量部、好ましくは0.05~2重量部が使用される。

#### 【0013】

本発明において各原料粉体の緩み見掛け密度を測定する手段としては、例えば細川ミクロン社製、パウダーテスターを用い常法により測定する。本発明においては、混合される2種以上の粉体塗料（即ち、原料粉体）の緩み見掛け密度の差がすべて0.020g/cc以内であればよい。即ち、例えば、原料粉体A、B、Cの3種を混合する場合、A B、B C、A C間の緩み見掛け密度の差がいずれも0.020g/cc以内であるのが好ましい。緩み見掛け密度の差が0.02

0 g / c c を超えると、各色毎に凝集しやすくなるため、混色により均一な色相の塗膜を得ることが困難となる。

## 【0014】

本発明の塗装方法は、白色塗料の下地の上に2種以上の色相の異なる粉体塗料を混合塗布又は重層塗布することにより均一な色相の塗膜を得る塗装方法であり、例えば、静電スプレーを用いる塗装法、流動浸漬法、プラスチック溶射法、プロバック法等の塗装法が使用できる。本発明の塗装方法は、緩み見掛け密度の差が0.020 g / c c 以内の本発明の粉体塗料を2種以上混色することにより均一な色相の塗膜を得る方法であり、混色に供される各粉体塗料の使用量は、混色により得られる所望の色相により適宜選択される。

## 【0015】

本発明において、最下層の白色の塗料に使用される着色剤としては、酸化チタン、炭酸カルシウム、硫酸バリウム、亜鉛華等が挙げられ、特に隠蔽性の点から酸化チタンを使用することが好ましい。

## 【0016】

本発明によれば、各粉体の流動性が均一な色調の異なる粉体塗料を最下層の白色塗料の上に塗布することにより均一な色相の塗膜を得ることができる粉体塗料を提供することができる。そのため、原色を含む数種の色調の粉体を用意することで、あらゆる色調の塗装を可能とする塗装方法を提供することができる。

## 【0017】

## 【実施例】

以下、製造例、実施例および比較例により本発明をさらに詳しく説明するが、本発明はこれらの実施例等によりなんら限定されるものではない。

## 【0018】

## 原料粉体の製造例 1

ポリエステル樹脂（日本エステル社製、ER-8107）	40部
ポリエステル樹脂（日本エステル社製、ER-8100）	54部
T G I C（チバガイギー社製、アラルダイトPT810）	6部
酸化チタン（石原産業社製 タイベークCR-90）	40部

流展剤 (B A S F社製、A c r o n a l 4 F) 1部

ベンゾイン 0.5部

上記組成物を、スパーミキサーにて良く混合した後、ブスーコニーダーを使用して混練し、冷却したのちPJM粉碎機（日本ニューマチック社製）を使用して粉碎し、平均粒径10μmの粉体を得た。この粉体100部に、シリカ（R972）（日本エロジル社製）0.3部をヘンシェルミキサーを使用して均一に混合し、原料粉体（1）を得た。

この粉体をパウダーテスター（細川ミクロン社製）を使用して緩み見掛け密度を測定したところ、0.412g/ccであった。

#### 【0019】

##### 原料粉体の製造例2

ポリエステル樹脂（日本エステル社製、E R - 8 1 0 7） 15部

ポリエステル樹脂（日本エステル社製、E R - 8 1 0 0） 79部

T G I C（チバガイギー社製、アラルダイトP T 8 1 0） 6部

カーミン6B（住友化学社製、スミカプリント・カーミン6BC） 8部

流展剤 (B A S F社製、A c r o n a l 4 F) 1部

ベンゾイン 0.5部

上記組成物を、製造例1と同様にして平均粒径10μmの粉体を得た。この粉体100部に、シリカ（R972）（日本エロジル社製）の添加量を0.3部をヘンシェルミキサーを使用して均一に混合し、原料粉体（2）を得た。

この粉体を製造例1と同様にして、パウダーテスター（細川ミクロン社製）を使用して緩み見掛け密度を測定したところ0.410g/ccであった。

#### 【0020】

##### 原料粉体の製造例3

ポリエステル樹脂（日本エステル社製、E R - 8 1 0 7） 40部

ポリエステル樹脂（日本エステル社製、E R - 8 1 0 0） 54部

T G I C（チバガイギー社製、アラルダイトP T 8 1 0） 6部

ジスアゾエロー（大日精化社製 ピグメントイエローE C Y-210） 8部

流展剤 (B A S F社製、A c r o n a l 4 F) 1部

ベンゾイン

0.5部

上記組成物を、製造例1と同様にして平均粒径10μmの粉体を得た。この粉体100部に、シリカ(R972)(日本エロジル社製)の添加量を0.3部をヘンシェルミキサーを使用して均一に混合し、原料粉体(3)を得た。

この粉体を製造例1と同様にして、パウダーテスター(細川ミクロン社製)を使用して緩み見掛け密度を測定したところ0.409g/ccであった。

## 【0021】

原料粉体の製造例4

ポリエステル樹脂(日本エステル社製、ER-8107)	40部
ポリエステル樹脂(日本エステル社製、ER-8100)	54部
T G I C(チバガイギー社製、アラルダイトPT810)	6部
銅フタロシアニン(山陽色素社製、シアニンブルーKRS)	5部
流展剤(BASF社製、Acronal 4F)	1部
ベンゾイン	0.5部

上記組成物を、製造例1と同様にして平均粒径10μmの粉体を得た。この粉体100部に、シリカ(R972)(日本エロジル社製)の添加量を0.3部をヘンシェルミキサーを使用して均一に混合し、原料粉体(4)を得た。

この粉体を製造例1と同様にして、パウダーテスター(細川ミクロン社製)を使用して緩み見掛け密度を測定したところ0.410g/ccであった。

## 【0022】

原料粉体の製造例5

シリカ(R972)(日本エロジル社製)の添加量を0.15部とする以外は、製造例2と同様にして、原料粉体(5)を得た。

この粉体を製造例1と同様にしてパウダーテスター(細川ミクロン社製)を使用して緩み見掛け密度を測定したところ0.385g/ccであった。

## 【0023】

原料粉体の製造例6

シリカ(R972)(日本エロジル社製)の添加量を0.6部とする以外は、製造例3と同様にして、原料粉体(6)を得た。

この粉体を製造例1と同様にしてパウダーテスター（細川ミクロン社製）を使用して緩み見掛け密度を測定したところ0.436g/ccであった。

## 【0024】

## 実施例1

原料粉体（1）100部を、脱脂したスチール板に静電スプレーにて塗装した後、電圧を上げ、原料粉体（2）50部と原料粉体（3）50部をヘンシェルミキサーを使用して混合した混合物を塗装した。その後180℃で20分間焼き付けて、塗膜を得た。得られた塗膜は、均一な赤色であった。この混合粉体の緩み見掛け密度の差は0.001g/ccであった。

## 【0025】

## 実施例2

原料粉体（1）100部を、脱脂したスチール板に静電スプレーにて塗装した後、電圧を上げ、原料粉体（3）50部と原料粉体（4）50部をヘンシェルミキサーを使用して混合した混合物を塗装した。その後180℃で20分間焼き付けて、塗膜を得た。得られた塗膜は、均一な緑色であった。この混合粉体の緩み見掛け密度の差は0.001g/ccであった。

## 【0026】

## 実施例3

原料粉体（1）100部を、脱脂したスチール板に静電スプレーにて塗装した後、電圧を上げ、原料粉体（2）50部と原料粉体（4）50部をヘンシェルミキサーを使用して混合した混合物を塗装した。その後180℃で20分間焼き付けて、塗膜を得た。得られた塗膜は、均一な青色であった。この混合粉体の緩み見掛け密度の差は0.000g/ccであった。

## 【0027】

## 比較例1

原料粉体（1）100部を、脱脂したスチール板に静電スプレーにて塗装した後、電圧を上げ、原料粉体（3）50部と原料粉体（5）50部をヘンシェルミキサーを使用して混合した混合物を塗装した。その後180℃で20分間焼き付けて、塗膜を得た。得られた塗膜の膜厚は均一でなく、マゼンタ色とイエロー色

の分離が見られた。この混合粉体の緩み見掛け密度の差は0.024g/ccであった。

#### 【0028】

##### 比較例2

原料粉体(1)100部を、脱脂したスチール板に静電スプレーにて塗装した後、電圧を上げ、原料粉体(4)50部と原料粉体(6)50部をヘンシェルミキサーを使用して混合した混合物を塗装した。その後180℃で20分間焼き付けて、塗膜を得た。得られた塗膜の膜厚は均一でなく、イエロー色とシアン色の分離が見られた。この混合粉体の緩み見掛け密度の差は0.026g/ccであった。

#### 【0029】

以上のように、最下層に白色の塗料を塗装した後、その上に混合塗布又は重層塗布する2種の以上の粉体塗料の緩み見掛け密度の差が0.020g/cc以下であると良好な均一な色の塗膜が得られるのに対し、緩み見掛け密度の差が0.020より大きいと不均一な斑模様の塗膜が形成される。

#### 【0030】

##### 【発明の効果】

本発明によれば、各粉体の流動性が均一な色調の異なる粉体塗料を最下層の白色塗料の上に塗布することにより均一な色相の塗膜を得ることができる粉体塗料を提供することができる。そのため、原色を含む数種の色調の粉体を用意することで、あらゆる色調の塗装を可能とする塗装方法を提供することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【解決手段】

最下層に白色の塗料を塗った後、2種類以上の色相の異なる粉体塗料を混合塗布又は重層塗布することにより均一な色相の塗膜を得る塗装方法に使用される粉体塗料であって、塗布される2種類以上の色相の異なる粉体塗料の緩み見掛け密度の差がすべて0.020g/cc以内であることを特徴とする粉体塗料、並びにかかる粉体塗料を混合塗布又は重層塗布することを特徴とする均一な色相の塗膜を得る塗装方法。

【効果】

本発明によれば、各粉体の流動性が均一な色調の異なる粉体塗料を最下層の白色塗料の上に塗布することにより均一な色相の塗膜を得ることができる粉体塗料を提供することができる。そのため、原色を含む数種の色調の粉体を用意することで、あらゆる色調の塗装を可能とする塗装方法を提供することができる。

【選択図】 なし

【書類名】 職權訂正データ  
【訂正書類】 特許願

＜認定情報・付加情報＞

【特許出願人】

【識別番号】 000000918  
【住所又は居所】 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号  
【氏名又は名称】 花王株式会社  
【代理人】 申請人  
【識別番号】 100095832  
【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区谷町2丁目8番1号 大手前M  
2ビル5階 細田国際特許事務所  
【氏名又は名称】 細田 芳徳

出願人履歴情報

識別番号 [00000918]

1. 変更年月日 1990年 8月24日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号  
氏 名 花王株式会社